



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 3月 2日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-059316

出 願 人

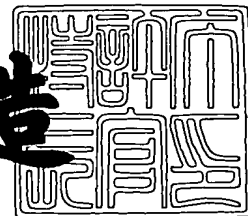
Applicant(s):

関西ペイント株式会社

2001年 8月31日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3078908

【書類名】 特許願

【整理番号】 10426

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08G 63/183  
C08G 18/42  
C09D 3/66

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市東八幡4丁目17番1号 関西ペイント株式会社内

【氏名】 川村 力

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市東八幡4丁目17番1号 関西ペイント株式会社内

【氏名】 高林 勇

【特許出願人】

【識別番号】 000001409

【氏名又は名称】 関西ペイント株式会社

【代表者】 白岩 保

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2000-270216

【出願日】 平成12年 9月 6日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 000550

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリエステル樹脂の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 廃物から回収し再生したテレフタル酸を主原料とするポリエステル、多価アルコール成分及び多塩基酸成分を、該再生ポリエステル、多価アルコール成分及び多塩基酸成分の合計重量に基づいて、該再生ポリエステルが 10～80 重量%となる割合で、一括にて反応させることを特徴とする樹脂酸価が 120 mg KOH/g 以下、水酸基価が 120 mg KOH/g 以下であり、かつ数平均分子量が 2,000～30,000 の範囲内にあるポリエステル樹脂の製造方法。

【請求項 2】 廃物から回収し再生したテレフタル酸を主原料とするポリエステルが、リサイクルポリエチレンテレフタレートである請求項 1 記載の製造方法。

【請求項 3】 得られるポリエステル樹脂のクロロホルム不溶分が 1.0% 以下であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】 請求項 1～3 のいずれか一項に記載の製造方法によって製造されたポリエステル樹脂を含有する塗料組成物。

【請求項 5】 粉体塗料組成物である請求項 4 記載の塗料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、廃棄ペットボトルなどの廃物から回収し再生したポリエステルを用いた新規なポリエステル樹脂の製造方法、及びこの方法によって製造されたポリエステル樹脂を含有する塗料組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及びその課題】

近年、廃棄物の処理が深刻な問題となっており、再資源化 (RECYCLE)、省資源化 (REDUCE) 及び再使用 (REUSE) の 3R が推奨されている。なかでも、廃棄ペット (PET) ボトルの再資源化は、PET ボトルリサイク

ル推進協議会が中心となり取り組みが進められ、2000年4月から「容器包装リサイクル法」が完全施行されたこともあり、使用済PETボトルの回収率が増大し、回収、再生されたポリエステル（リサイクルポリエステル）の用途拡大が不可欠な状況にある。

## 【0003】

例えば、特開平5-311114号公報、特開平6-9923号公報においては、触媒の存在下、多価アルコール成分と再生PETとを解重合反応させ、PETを低分子量化させた後、この系中に多塩基酸成分を加え、重縮合することにより目的とするポリエステル樹脂を製造する方法が記載されており、また、得られたポリエステル樹脂は水性コーティング組成物、非水性コーティング組成物用として使用できることが記載されている。しかしながら、この方法では、多価アルコール成分と再生PETとの解重合反応に長時間を要し、再生されたポリエステルを使用しない従来法に比べ製造コストが高くなるといった問題があった。

## 【0004】

また、特開平11-228733号公報には、再生PETなどのリサイクルポリエステルと分子量5000以下のポリエステルオリゴマーとのエステル交換反応によりポリエステル樹脂を合成する方法が記載されている。しかしながら、この方法においては、ポリエステルオリゴマーを予め合成する工程が必要であり、また、解重合する際のアルコール成分量が少なく、かつ高分子化合物同士の反応であるので、リサイクルポリエステルが十分に解重合され難く、解重合に長時間を要し、またろ過残渣が多く発生しやすいといった問題がある。

## 【0005】

また、特開平8-253596号公報には、再生PETなどのリサイクルポリエステルを反応系内に添加し、アルコール及び必要に応じて水の存在下で、リサイクルポリエステルを解重合しつつ重合を行った後、酸成分を加え付加、高分子量化する工程の2工程からなるトナー用結着樹脂の製造方法が記載されている。この方法においては、第1工程は水酸基がカルボキシル基に対して大過剰（約2倍程度以上）存在する系での反応であるのでリサイクルポリエステルの解重合が支配的であって、第1工程で生成したポリエステルは低分子量である。第2工程

で酸成分が配合され付加、高分子量化反応が行われる。

【 0 0 0 6 】

本発明の目的は、廃物から回収し再生したポリエステル樹脂を使用して、短時間で、透明で異物の発生やろ過残渣がほとんどなく、性能上問題のない高分子量ポリエステル樹脂を製造する方法を提供することである。

【 0 0 0 7 】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意研究を行った結果、今回、廃物から回収し再生したテレフタル酸を主原料とするポリエステル樹脂とアルコール成分と酸成分とを、一括で反応させることによって上記目的を達成できることを見出し本発明を完成させるに至った。

【 0 0 0 8 】

すなわち、本発明は、廃物から回収し再生したテレフタル酸を主原料とするポリエステル、多価アルコール成分及び多塩基酸成分を、該再生ポリエステル、多価アルコール成分及び多塩基酸成分の合計重量に基づいて、該再生ポリエステルが 1 0 ～ 8 0 重量%となる割合で、一括にて反応させることを特徴とする樹脂酸価が 1 2 0 m g K O H / g 以下、水酸基価が 1 2 0 m g K O H / g 以下であり、かつ数平均分子量が 2 , 0 0 0 ～ 3 0 , 0 0 0 の範囲内にあるポリエステル樹脂の製造方法を提供するものである。

【 0 0 0 9 】

また、本発明は、上記製造方法によって製造されたポリエステル樹脂を含有する塗料組成物を提供するものである。

以下に、本発明について詳細に説明する。

【 0 0 1 0 】

【発明の実施の形態】

まず、本発明の製造方法について詳細に説明する。

本発明の方法において使用される、廃物から回収し再生したテレフタル酸を主原料とするポリエステル樹脂（以下、「再生 P E S」と略称することがある）には、資源のリサイクルのために回収されたポリエチレンテレフタレート（例えば

、PETボトル)、産業廃棄物ポリエチレンテレフタレート、テレフタル酸を主原料とするポリエステル製品(フィルム、繊維など)の製造に際して発生する屑などを再生したポリエステル樹脂が包含され、特にリサイクルポリエチレンテレフタレート、リサイクルポリブチレンテレフタレートが好適である。この再生PESは、通常、チップ又は粉碎物の形態で使用に供される。

## 【0011】

本発明方法においては、上記再生PES、多価アルコール成分及び多塩基酸成分を、必要に応じて解重合触媒の存在下で一括にて反応させる。

## 【0012】

上記多価アルコール成分としては、ポリエステル樹脂を構成するアルコール成分として使用される多価アルコールを使用することができ、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、2-メチル-1,3-プロパンジオール、2,2-ジエチル-1,3-プロパンジオール、2-ブチル-2-ジエチル-1,3-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,4-ジメチロールシクロヘキサン、などの2価アルコール;トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、ソルビトールなどの3価以上のアルコールなどを挙げることができ、なかでもグリセリン、トリメチロールプロパン、エチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-ジメチロールシクロヘキサンが、解重合性や溶解性などの点から好適である。

## 【0013】

上記多塩基酸成分としては、通常、ポリエステル樹脂を構成する酸成分として使用される多塩基酸を使用することができ、例えば、無水フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、テトラヒドロ無水フタル酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸、1,3-シクロヘキサジカルボン酸、ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ビフェニルジカルボン酸、ジフェニルメタン-4,4'-ジカルボン酸、コハク酸、フマル酸、アジピン酸、セバシン酸、無

水マレイン酸などの二塩基酸；無水トリメリット酸、無水ピロメリット酸、トリメシン酸、メチルシクロヘキサントリカルボン酸などの3価以上の多塩基酸；これらの二塩基酸又は3価以上の多塩基酸の低級アルキルエステルなどを挙げることができる。なかでも二塩基酸又はその低級アルキルエステルが好適である。

## 【0014】

本発明方法における再生PES、多価アルコール成分及び多塩基酸成分の配合割合は、これら3者の合計重量に基いて、再生PESが10～80重量%、好ましくは20～70重量%の範囲内にあり、かつ本発明方法によって得られるポリエステル樹脂の樹脂酸価が120以下、好ましくは80以下で、かつ水酸基価が120以下、好ましくは80以下となる範囲内となる量的割合である。

## 【0015】

本発明方法において、再生PESの解重合反応とエステル化反応により、ポリエステル樹脂の生成が行われる。本明細書において、「エステル化反応」には、通常のエステル化反応のみならず、「エステル交換反応」も包含されるものとする。再生PESの解重合は、再生PESの融点以上（再生PETは約240℃以上）の反応温度では無触媒でも進行するが、融点よりも低温又は効率的に解重合を行なうために解重合触媒を使用することが好ましい。

## 【0016】

上記解重合触媒としては、例えば、モノブチル錫ハイドロオキシド、ジブチル錫オキシド、モノブチル錫-2-エチルヘキサノエート、ジブチル錫ジラウレート、酸化第一錫、酢酸錫、酢酸亜鉛、酢酸マンガン、酢酸コバルト、酢酸カルシウム、酢酸鉛、リサージ、三酸化アンチモン、テトラブチルチタネート、テトライソプロピルチタネートなどを挙げるができる。解重合触媒の使用量は、再生PES、多価アルコール及び多塩基酸の合計100重量部に基いて、通常、10重量部以下、特に0.001～5重量部の範囲内にあることが好適である。また、これらの解重合触媒は、通常、エステル化反応触媒（重合触媒）にもなることができる。

## 【0017】

本発明方法は、上記再生PES、多価アルコール成分及び多塩基酸成分を、必

要に応じて解重合触媒の存在下で、一括にて反応させるものであり、上記再生 P E S の解重合反応と、再生 P E S、多価アルコール成分及び多塩基酸成分間のエステル化反応（エステル交換反応も包含する）と同時に行うことによって目的とするポリエステル樹脂を製造するものである。この反応は、上記解重合反応と上記エステル化反応とを同時に行うことができる方法である限り特に制限されるものではないが、通常、3 者を混合、攪拌下にて、約 160℃～約 270℃程度の温度で 2 時間～10 時間程度反応させることによって目的とするポリエステル樹脂を製造することができる。

## 【0018】

本発明方法は、一括反応させることによって大幅に反応時間を短縮できるという特徴を有する。

## 【0019】

従来、再生 P E S の分解を効率良く行う目的で再生 P E S のアルコール分解反応を行い、分解反応終了後に、酸モノマー等を系に添加して縮重合反応を行うことにより目的とするポリエステル樹脂を合成してきた。一方、本発明においては、必要に応じて解重合触媒の存在下で、再生 P E S のアルコール分解反応やエステル交換反応等の反応と、ポリエステルの縮重合反応との両者を同時に効率的に進行させるものである。

## 【0020】

また、この反応に使用する多価アルコール成分が固形状である場合には、予め加熱して溶解させておくことが好ましい。

## 【0021】

製造されるポリエステル樹脂は、樹脂酸価が 120 mg KOH / g 以下、好ましくは 80 mg KOH / g 以下で、水酸基価が 120 mg KOH / g 以下、好ましくは 80 mg KOH / g 以下であり、かつ数平均分子量が 2,000～30,000、好ましくは 2,500～20,000 の範囲内にあるものであり、なかでも樹脂酸価が 2.0～80 mg KOH / g で、水酸基価が 2.0～80 mg KOH / g であり、かつ数平均分子量が 2,500～10,000 の範囲内にあるものが特に好適である。また、製造されるポリエステル樹脂は、クロロホルム不



溶分が 1. 0 % 以下、すなわち再生 P E S が十分に分解されポリエステルが均一組成となっていることが、塗膜形成した際の塗膜外観などの面から好適である。

## 【 0 0 2 2 】

エステル化反応終了後、ポリエステル樹脂は、通常、冷却され、そのまま取出すこともできるが、濾過性、取り扱い作業性をよくするため、有機溶剤によって希釈して取出すこともできる。上記有機溶剤の種類は、ポリエステル樹脂を溶解できるものである限り特に限定されるものでない。

## 【 0 0 2 3 】

本発明方法によって得られるポリエステル樹脂は、塗料組成物における樹脂バインダーとして有用であり、ガラス転移温度が約 3 0 ℃ 以上であれば、粉体塗料の樹脂バインダーとして使用することができる。

## 【 0 0 2 4 】

本発明方法によって得られるポリエステル樹脂が水酸基を有する場合には、メラミン樹脂などのアミノ樹脂、ポリイソシアネート化合物、エポキシ化合物などの水酸基と反応性を有する硬化剤と組み合わせて熱硬化型塗料用樹脂として好適に使用することができる。また、本発明方法によって得られるポリエステル樹脂がカルボキシル基を有する場合には、エポキシ化合物などのカルボキシル基と反応性を有する硬化剤と組み合わせて熱硬化型塗料用樹脂として好適に使用することができる。

## 【 0 0 2 5 】

本発明方法によって得られるポリエステル樹脂を使用して塗料を調製する場合には、該ポリエステル樹脂、上記硬化剤以外に、必要に応じて、有機着色顔料、無機着色顔料、充填剤、硬化触媒、表面調整剤（ハジキ防止剤）、流動性調整剤、紫外線吸収剤、紫外線安定剤、有機溶剤などを含有させることができる。本発明方法によって得られるポリエステル樹脂は、ガラス転移温度が 3 0 ℃ 以上の場合には、粉体塗料用樹脂として好適に使用することができ、粉体塗料を調製する場合には、それ自体既知の粉体塗料製造方法、例えば、該ポリエステル樹脂、硬化剤及び必要に応じてその他の成分を配合し、ミキサーでドライブレンドした後、加熱溶融混練りし、冷却、粗粉碎、微粉碎、分級する方法などによって製造す

ることができる。

#### 【0026】

本発明方法によって得られるポリエステル樹脂を使用した塗料は、被塗物に塗装し、焼付けることによって硬化塗膜を形成することができる。焼付け条件は、塗装された塗料が硬化できる条件であればよく、特に制限されるものではないが、通常、5分～30分間程度の焼付け時間の場合には、120～210℃の焼付け温度であり、また、5分間未満の焼付け時間の場合には、素材到達最高温度が、180～250℃となる焼付け温度条件であることが好適である。

#### 【0027】

##### 【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明する。以下、「部」及び「%」は、それぞれ重量基準によるものとする。

#### 【0028】

##### 実施例 1

温度計、攪拌機、加熱装置及び精留塔を具備した反応装置に、ネオペンチルグリコール299部及びトリメチロールプロパン41部を仕込み、攪拌しながら130℃まで昇温し、系が透明な液状となつてからモノブチル錫オキサイド1.0部、イソフタル酸448部及びリサイクルポリエチレンテレフタレート（再生PET）547部を仕込み180℃まで昇温した。ついで、内容物を180℃から240℃まで3時間かけて徐々に昇温し、240℃で30分間反応を続けた後、精留塔を水分離器と置換し、内容物にキシレン約50部を加え水分離器にもキシレンを入れて、水とキシレンとを共沸させて縮合水を除去した。キシレン添加の30分後から酸価の測定を開始し、キシレン添加時から2時間後、酸価が5.0未満であることを確認して加熱を停止し、キシレンを減圧除去して加熱残分100%のポリエステル樹脂-1を得た。ポリエステル樹脂の製造時間は、反応のための加熱開始から加熱停止まで約6.5時間であった。

#### 【0029】

##### 実施例 2～4

実施例1において、配合組成を後記表1に示すとおりとする以外は実施例1と

同様にして反応に行い、各ポリエステル樹脂を得た。

#### 【0030】

##### 実施例 5

実施例 1 と同様の反応装置に、ネオペンチルグリコール 299 部及びトリメチロールプロパン 41 部を仕込み、攪拌しながら 130℃まで昇温し、系が透明な液状となってからモノブチル錫オキサイド 1.0 部、イソフタル酸 647 部及び再生 PET 547 部を仕込み 180℃まで昇温した。ついで、内容物を 180℃から 240℃まで 3 時間かけて徐々に昇温し、240℃で酸価を測定しながら反応を続け、240℃になってから 3 時間後、酸価が 53.0 未満であることを確認して加熱を停止し、系中の水分などを減圧蒸留にて除去して加熱残分 100% のポリエステル樹脂-5 を得た。ポリエステル樹脂の製造時間は、反応のための加熱開始から加熱停止まで約 7.0 時間であった。

#### 【0031】

##### 実施例 6

実施例 1 において、モノブチル錫オキサイド 1.0 部のかわりにリサージ 1.0 部を使用する以外は実施例 1 と同様に行ない、ポリエステル樹脂-6 を得た。ポリエステル樹脂の製造時間は、反応のための加熱開始から加熱停止まで約 7.5 時間であった。

#### 【0032】

##### 実施例 7

実施例 1 において、モノブチル錫オキサイド 1.0 部を使用せず、且つ 180℃に昇温後、180℃から 250℃まで 3 時間かけて徐々に昇温し、250℃で反応を続ける以外は実施例 1 と同様に行ない、ポリエステル樹脂-7 を得た。ポリエステル樹脂の製造時間は、反応のための加熱開始から加熱停止まで約 8.5 時間であった。

#### 【0033】

##### 比較例 1

実施例 1 と同様の反応装置に、ネオペンチルグリコール 299 部及びトリメチロールプロパン 41 部を仕込み、攪拌しながら 130℃まで昇温し、系が透明な

液状となつてからモノブチル錫オキサイド 1. 0 部及び再生 P E T 5 4 7 部を仕込み 1 9 0℃まで昇温した。その後、精留塔上部の温度が 1 0 0℃を越さない程度に徐々に昇温して内容物が透明になるまで約 6 時間かけて再生 P E T の反応（アルコール分解、エステル交換反応等）を行った。

## 【 0 0 3 4 】

その後、内容物を 1 8 0℃まで冷却し、イソフタル酸 4 4 8 部を仕込み、内容物を 2 4 0℃まで 3 時間かけて徐々に昇温し、2 4 0℃で 3 0 間反応させた時点で、精留塔を水分離器と置換し、内容物にキシレン約 5 0 部を加え水分離器にもキシレンを入れて、水とキシレンとを共沸させて縮合水を除去した。キシレン添加の 1 時間後から酸価の測定を開始し、キシレン添加時から 3. 5 時間後、酸価が 5. 0 未満であることを確認して加熱を停止し、キシレンを減圧除去して加熱残分 9 9. 8 % のポリエステル樹脂 - 8 を得た。ポリエステル樹脂の製造時間は、反応のための加熱開始から加熱停止まで約 1 6 時間であった。

## 【 0 0 3 5 】

## 比較例 2

実施例 5 において、配合組成を後記表 1 に示すとおりとし、2 3 0℃に昇温後、酸価を測定しながら 2 3 0℃で反応を続ける時間が 5 時間であった以外は実施例 5 と同様にして反応を行ってポリエステル樹脂 - 9 を得たが、酸成分の昇華に由来すると思われる白色状の粉末が残存し、透明、均一なポリエステル樹脂ではなかった。

## 【 0 0 3 6 】

実施例 1 ～ 7 及び比較例 1 ～ 2 で得た各樹脂の酸価、水酸基価、数平均分子量を下記表 1 に示す。表 1 における配合量は、重量部による表示である。

## 【 0 0 3 7 】

【表 1】

表1

	実施例				
	1	2	3	4	5
ポリエステル 樹脂の名称	ポリエステル 樹脂-1	ポリエステル 樹脂-2	ポリエステル 樹脂-3	ポリエステル 樹脂-4	ポリエステル 樹脂-5
ネオヘンチルグリコール	299	299	158	110	299
1,6-ヘキサジオール				212	
トリメチロールプロパン	41	41	41	41	41
エチレングリコール		93			
イソフタル酸	448	448	224	149	647
テレフタル酸		249			
アジピン酸				263	
再生PET	547	259	806	547	547
モノブチル錫オキサイド	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
反応時間(時間)	6.5	7.5	6.5	6.5	7.0
再生PET配合割合(%)	41	21	68	45	39
樹脂酸価(mgKOH/g)	4.8	4.9	4.7	4.8	52.5
水酸基価(mgKOH/g)	59	59	62	60	0
ガラス転移点(°C)	55	54	60	-18	60
数平均分子量	6600	6000	7000	6600	6100

【0038】

【表 2】

表1(続き)

	実施例		比較例	
	6	7	1	2
ポリエステル 樹脂の名称	ポリエステル 樹脂-6	ポリエステル 樹脂-7	ポリエステル 樹脂-8	ポリエステル 樹脂-9
ネオヘンチルグリコール	299	299	299	299
1,6-ヘキサジオール				
トリメチロールプロパン	41	41	41	41
エチレングリコール				
イソフタル酸	448	448	448	896
テレフタル酸				
アジピン酸				
再生PET	547	547	547	547
モノブチル錫オキサイド			1.0	1.0
リサーチ	1.0			
反応時間(時間)	7.5	8.5	16.0	9.0
再生PET配合割合(%)	41	41	41	33
樹脂酸価(mgKOH/g)	4.9	4.7	4.8	160
水酸基価(mgKOH/g)	59	59	59	0
ガラス転移点(°C)	55	55	55	60
数平均分子量	6600	6600	6600	2500

【0039】

## 実施例 8

100部の実施例1で得たポリエステル樹脂-1、「ベスタゴンB-1530」（ドイツ国、ヒュルス社製、イソホロンジイソシアネートのトリイソシアヌレート体のε-カプロラクタムブロック化物、固形分100%）30部、「タケネートTK-1」（武田薬品工業（株）製、有機錫系硬化触媒）0.1部、「チタン白JR-605」（テイカ社製、チタン白顔料）50部、「ポリフローS」（共栄社油脂（株）製、表面調整剤）1.0部及びベンゾイン0.4部を、ヘンシェルミキサーでドライブレンドし、2軸エクストルーダ混練機を用いて加熱溶融混練りした後、冷却、粗粉碎、アトマイザを用いた微粉碎、分級を行って熱硬化性粉体塗料を製造した。

## 【0040】

## 実施例 9～13 及び 比較例 3

実施例8において、配合組成を後記表2に示すとおりとする以外は実施例8と同様に行い、各熱硬化性粉体塗料を製造した。

後記表2において、（註）はそれぞれ下記の意味を有する。

（\*1）エピコート#1003：シェル化学社製、商品名、ビスフェノールA型エポキシ樹脂。

（\*2）キュアゾール2E4MZ：四国化成（株）製、商品名、イミダゾール系硬化触媒。

## 【0041】

## 実施例 14

100部の実施例4で得たポリエステル樹脂-4を混合溶剤（注1）100部に溶解し、この中に「ベスタゴンB-1530」30部、「タケネートTK-1」（武田薬品工業（株）製、有機錫系硬化触媒）0.1部、「チタン白JR-605」（テイカ社製、チタン白顔料）50部、「ポリフローS」（共栄社油脂（株）製、表面調整剤）1.0部及びベンゾイン0.4部をアトライタにて混合攪拌し、上記混合溶剤にて粘度100秒（フォードカップ#4/25℃）に粘度調整した後、ろ過して溶剤型熱硬化性塗料を製造した。

（注1）混合溶剤：スワゾール1500（コスモ石油社製、高沸点炭化水素系溶

剤) / シクロヘキサノン = 50 / 50 (重量比) の混合溶液。

【0042】

#### 試験塗板の作成

上記実施例 8 ~ 13 及び比較例 3 で調製した各熱硬化性粉体塗料を磷酸亜鉛処理鋼板に硬化膜厚が約 60  $\mu$ m となるように静電粉体塗装し、180℃で20分間焼付けを行ったものを試験塗板とした。

【0043】

また、上記実施例 14 で調製した溶剤型熱硬化性塗料を磷酸亜鉛処理鋼板に硬化膜厚が約 60  $\mu$ m となるようにバーコータにて塗装し、180℃で20分間焼付けを行ったものを試験塗板とした。

【0044】

上記各試験塗板について、塗膜外観、60度鏡面光沢度、耐衝撃性及び耐エリクセン押し出し性の試験を下記試験方法に基いて行った。これらの試験結果を後記表 2 に示す。

【0045】

#### 試験方法

塗膜外観：試験塗板の塗面の仕上り性を目視にて下記基準により評価する。

○：良好、      △：やや不良      ×：不良。

【0046】

60度鏡面光沢度：JIS K-5400 7.6 (1990) の60度鏡面光沢度に従い、塗膜の光沢の程度を、入射角と受光角とがそれぞれ60度のときの反射率を測定して、鏡面光沢度の基準面の光沢度を100としたときの百分率で表す。

【0047】

耐衝撃性：試験塗板を20℃雰囲気中に24時間程度放置した後、20℃の雰囲気中で塗面を上向きにしてデュポン式衝撃試験機の受け台に置き、半径約6.35mmの半球形の先端をもった撃芯を塗面に乗せ、撃芯に500gの錘を落下させる。このとき、試験片に生じたくぼみの部分及びその周辺に割れが発生するときの錘の高さ (cm) により耐衝撃性を判定する。50cmの高さでも割れが

発生しない場合は50<と表示する。

【0048】

耐エリクセン押出し性：エリクセン試験機により試験塗板の塗膜面の反対面から試験塗板を押出し、塗膜にワレが発生する押出し高さ（mm）を記録する。押出し高さが7mmでも塗膜にワレが発生しない場合は7<と表示する。

【0049】

【表3】

表2

		実施例							比較例
		8	9	10	11	12	13	14	3
		実 施 例							比較例1
ポリエ テル樹脂	種類 (例No.)	1	2	3	5	6	7	4	
	量(部)	100	100	100	70	100	100	100	100
ベスタゴンB-1530		30	30	30		30	30	30	30
エコート#1003(*1)					30				
タケネートTK-1		0.1	0.1	0.1		0.1	0.1	0.1	0.1
キュアゾール2E4MZ(*2)					0.3				
チタン白JR-605		50	50	50	50	50	50	50	50
ポリフロ-5		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
ベンゾイン		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
試験結果	塗膜外観	○	○	○	○	○	○	○	○
	60度鏡面光沢度	96	95	94	92	94	93	95	95
	耐衝撃性	50<	50<	50<	50<	50<	50<	50<	50<
	耐エリクセン押出し性	7<	7<	7<	7<	7<	7<	7<	7<

【0050】

【発明の効果】

本発明の製造方法によると、廃物から回収したポリエステル樹脂を使用して、透明で異物の発生やろ過残渣がほとんどなく、性能上問題のないポリエステル樹脂を短時間で製造することができる。本発明方法は、廃物を利用するため廃棄ペットボトルなどのリサイクルによる利用を行うことができる。

また、本発明方法によって得られるポリエステル樹脂は、硬化剤と組合せて熱硬化型塗料用樹脂として好適に使用することができる。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 廃物から回収し再生したポリエステル樹脂を使用して、透明で異物の発生やろ過残渣がほとんどなく、性能上問題のないポリエステル樹脂を短時間で製造する。

【解決手段】 廃物から回収し再生したテレフタル酸を主原料とするポリエステル、多価アルコール成分及び多塩基酸成分を、該再生ポリエステル、多価アルコール成分及び多塩基酸成分の合計重量に基づいて、該再生ポリエステルが10～80重量%となる割合で、一括にて反応させることを特徴とする樹脂酸価が120mg KOH/g以下、水酸基価が120mg KOH/g以下であり、かつ数平均分子量が2,000～30,000の範囲内にあるポリエステル樹脂の製造方法。

【選択図】 なし

特2001-059316

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-059316
受付番号	50100301361
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成13年 3月 7日

### <認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 3月 2日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001409]

1. 変更年月日 1990年 8月 9日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 兵庫県尼崎市神崎町33番1号  
氏 名 関西ペイント株式会社